

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 03-081649

(43)Date of publication of application : 08.04.1991

(51)Int.Cl.

G01N 21/73

(21)Application number : 01-215898

(71)Applicant : NIPPON STEEL CORP

(22)Date of filing : 24.08.1989

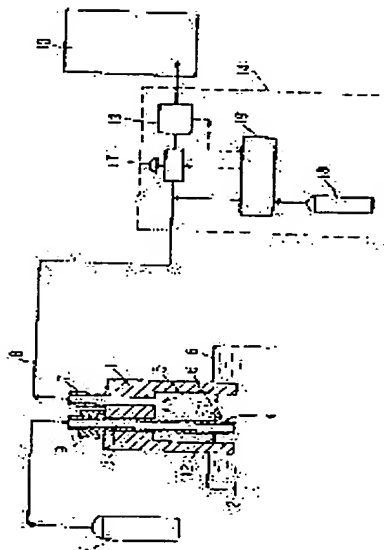
(72)Inventor : NAKAJIMA JUNJI  
TSUJINO RYOJI  
NIBE HARUMI  
ONO AKIHIRO  
HAYAKAWA YASUHIRO

## (54) DIRECT ANALYSIS OF MOLTEN METAL

### (57)Abstract:

PURPOSE: To control the flow rate of an inert gas for transporting the fine particles of metal to a specified value and to make stable analysis by passing the fine particles of the molten metal through a pressure regulator and controlling the pressure to a specified value.

CONSTITUTION: A capped cylindrical vessel 1 is immersed into the surface 16 of the molten metal 2 and is held static; therefore, a gas blowing pipe 3 is lowered by a lifting device 9 while the inert gas, such as Ar, blown from the gas discharge port of the gas blowing pipe 3 by an inert gas supplying device 11. The discharge port 4 is immersed into the molten steel in a fine particle capturing tank 5 up to above the surface 12 thereof and again the pipe 3 is risen by the device 9. The pressure in a fine particle transporting pipe 8 to be introduced into a plasma light emission analysis apparatus 10 is measured by a pressure detector 13 and is controlled to a specified pressure by the pressure regulator 14. The generated fine particles 6 are transported from the end of a fine particle discharge pipe 7 to the device 10 under the specified pressure. The stable analysis is thus executed.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision  
of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平3-81649

⑬ Int. Cl.<sup>5</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成3年(1991)4月8日

G 01 N 21/73

7458-2G

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全5頁)

⑮ 発明の名称 溶融金属直接分析方法

⑯ 特 願 平1-215898

⑰ 出 願 平1(1989)8月24日

⑱ 発 明 者 中 島 潤 二 千葉県君津市君津1番地 新日本製鐵株式会社君津製鐵所内

⑲ 発 明 者 辻 野 良 二 千葉県君津市君津1番地 新日本製鐵株式会社君津製鐵所内

⑳ 発 明 者 仁 部 晴 美 千葉県君津市君津1番地 新日本製鐵株式会社君津製鐵所内

㉑ 発 明 者 小 野 昭 絃 神奈川県川崎市中原区井田1618番地 新日本製鐵株式会社第1技術研究所内

㉒ 出 願 人 新日本製鐵株式会社 東京都千代田区大手町2丁目6番3号

㉓ 代 理 人 弁理士 矢 茸 知之 外1名

最終頁に続く

明 細 書

1. 発明の名称

溶融金属直接分析方法

2. 特許請求の範囲

1. 内部に吹込み管のガス吐出口を有する有蓋筒状容器を溶融金属中に浸漬させ、前記吹込み管より不活性ガスを吹き込んで溶融金属を攪拌することによって金属微粒子を発生させ、この金属微粒子を該有蓋筒状容器を介して分析装置に導き、プラズマ発光分光分析を行う溶融金属直接分析方法において、該有蓋筒状容器内の微粒子捕集槽と連通した微粒子排出管に圧力検知器を有する圧力調整器を連通させ微粒子捕集槽内圧力を大気圧より高い一定値に制御することにより溶融金属微粒子をプラズマ発光分光分析装置に搬送するとともに、プラズマ発光分光分析装置に導入する金属微粒子搬送不活性ガス流量を一定値に制御することを特徴とする溶融金属直接分析方法。

2. 圧力センサーを用いて圧力調整器に付随する

圧力検知器に圧力変化を機械的変動として検知することを特徴とする請求項1記載の溶融金属直接分析方法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は溶融金属を直接分析する技術であり、製鉄業あるいは非鉄金属製造業における製造工程管理分析や品質管理分析の分野で利用される溶融金属直接分析方法に関する。

〔従来の技術〕

金属製造業における製造工程管理分析には、溶融金属をサンプリングして固化させたブロック試料を対象とするスパーク発光分光分析方法が多用されている。しかし近年特に鉄鋼業に見られるように、より迅速な製造工程管理あるいは多段階精錬製鋼法などの新製造プロセスの操作管理のために、溶鉄や溶鋼のような溶融金属を直接対象とするオンラインリアルタイムの分析手法の開発が強く要請されている。

上記のような目的から、これまで溶融金属をAr

## 特開平3-81649(2)

ガスを用いた特殊な噴霧器によって微粉化して発光分光分析する方法(P. H. Scholes: BISR Open Report MG/D, (1966), P 302, A. A. Rush: EUR Rep Comm Eur Commu, No. EUR-6282(1980))など、各種の方法が研究されてきた。しかしいずれもこれまで実際に製造現場で実用化されておらず、実験室規模で試みられたにすぎない。本発明者らも熔融金属プラズマアーク、スパーク等の電気的放電あるいはレーザービーム等の照射を行なって、熔融金属の組成を代表する微粒子を蒸発させて発光分光分析する方法(特公昭62-147744号、特公昭59-157541号)、また不活性ガス吹込みによる微粒子回収法(特開昭60-219538号)等を発明し、さきに特許出願を行なった。

これらの発明のうちプラズマアーク、スパーク等の電気的放電、あるいはレーザービーム等の照射の方法では、熔融金属表面と電極先端など加熱源装置との間隔を一定に保つ必要があり、また不活性ガス吹込み法の場合、ガス吐出口を湯面下最

比較的緩慢な場合には有効であるが、湯面変動が激しい場合には変動を制御するための種々の工夫が必要であり、実施はかなり難しい。

そこで、これらの問題を解決するために本発明者等は更に研究を進めた結果熔融金属直接分析装置用微粒子搬送装置(実願昭63-30234)、微粒子生成熔融金属直接分析方法及び装置(特願昭63-53656)等を発明し先に特に特許出願を行なった。

実願昭63-30234では第4図に示すようにガス吹込み管3およびガス吐出口4を通して不活性ガス供給装置11より有蓋筒状容器1内に不活性ガスが吹き込まれ、この不活性ガスによって発生した微粒子6は、該有蓋筒状容器1内の微粒子捕集槽5内に捕集され、さらに微粒子排出管7を通して、その管端部20から一旦減圧用ボックス21内に排出される。さらにその一部の粒子は、微粒子搬送管8を通してプラズマ発光分光分析装置10に導かれ分析される。

また、特願昭63-53656では第5図に示すように

まず有蓋筒状容器1を熔融金属2の湯面16深く浸漬させて静止した後、ガス吹込み管3のガス吐出口4からAr等の不活性ガスをガス供給装置11によって吹込みながら昇降装置9によってガス吹込み管3を下降させ、ガス吐出口4を微粒子捕集槽5内溶鋼湯面12下まで浸漬させ、次いで再びガス吹込み管3を昇降装置9によって上昇させる動作を行なう。ガス吹込み管3を昇降する際、かなりの湯面変動があっても微粒子発生のためのガス吐出口4と湯面12との最適距離を通過するため、微粒子が発生し分析が可能となることを特徴とするものである。

そのための装置として、有蓋筒状容器1に熔融金属2に浸漬するガス吹込み管3と微粒子捕集槽5に接続する微粒子排出管7を上部に設け、底部も熔融金属2中に浸漬して密閉状態とする。更に微粒子搬送管8を介してプラズマ発光分光分析装置10を接続して構成するものである。

〔発明が解決しようとする課題〕

しかしながら本発明者らはさらに実験、研究を

続けた結果、既発明の方法および装置は、熔融金属のバッチ測定における直接分析に非常に有用であるが例えば、特願昭63-53656の方法では分析精度向上の目的で吹込みガス流量を増加した場合にプローブ内圧力が増大するために微粒子捕集槽5内溶鋼湯面12位置がプローブ外溶鋼湯面16位置に比べて低くなりプローブ浸漬深さを大きくする必要が生じるという問題が、実願昭63-30234の場合には①金属微粒子を搬送するために吸引ポンプが必要でありポンプの目づまり防止のために一定期間毎にポンプの清掃を行なう必要が生じる、②吸引ポンプの出力調整だけでは、プラズマ発光分光分析における分析精度維持に不可欠なプラズマトーチ導入ガス流量の安定化のために必要な搬送管内の圧損変化による搬送ガス流量変動の抑制が困難な場合が生ずることがあるという問題があった。

本発明は、上記問題点を解決した熔融金属直接分析方法を提供する。

〔課題を解決するための手段〕

## 特開平3-81649 (3)

以上の問題を解決するための本発明者らはつぎの方法が有効であることがわかった。

(1) 内部に吹込み管のガス吐出口を有する有蓋筒状容器を熔融金属中に没頭させ、前記吹込み管より不活性ガスを吹き込んで熔融金属を攪拌することによって金属微粒子を発生させ、この金属微粒子を該有蓋筒状容器を介して分析装置に導き、プラズマ発光分光分析を行う熔融金属直接分析方法において、該有蓋筒状容器内の微粒子捕集槽と連通した微粒子排出管に圧力検知器を有する圧力調整器を連通させ微粒子捕集槽内圧力を大気圧より高い一定値に制御し、その圧力により、熔融金属微粒子をプラズマ発光分光分析装置に導入する金属微粒子搬送不活性ガス流量を一定値に制御することを特徴とする熔融金属直接分析方法。

(2) 上記発明(1)において圧力センサーを用いて圧力調整器に付随する圧力検知器に圧力変化を機械的変動として検知することを特徴とする熔融金属直接分析方法。

【作用】

プラズマ発光分光分析装置10に搬入される不活性ガス流量も一定に保たれる。

本発明と従来発明との大きな相違とは、本発明では圧力調整器14を有することにより、微粒子搬送管8内の圧力を圧力検知器13を用いて連続的に測定し圧力が設定値より高ければ調圧弁17により所定の圧力に保持するためにニードル弁の開度増大もしくは、系外への搬送不活性ガス排出量増加を行ない、設定値より低ければニードル弁の開度減少もしくは、搬送不活性ガス排出量減少を行なうことを制御装置19により行ない、常に一定圧力に保つことが可能となったため、プラズマ発光分光分析装置に導入される搬送不活性ガス流量を極めて一定に保持することが可能となったことである。

次に本発明(2)は本発明(1)における圧力調整器14に付随する圧力検知器13に圧力変化を機械的変動として検知する圧力センサーを用いることにより、発生した微粒子6の付着による圧力センサー感度低下による圧力制御精度悪化を防止し

以下本発明について具体的に説明する。

本発明(1)の方法において用いる装置に概略は第1図に示すとおりである。本発明の分析方法としては、まず有蓋筒状容器1を熔融金属2の湯面16に没頭させて静止した後、ガス吹込み管3のガス吐出口4からAr等の不活性ガスを不活性ガス供給装置11によって吹き込みながら昇降装置9によってガス吹込み管3を下降させ、ガス吐出口4を微粒子捕集槽5内溶鋼湯面12下まで没頭させ、ついで再びガス吹込み管3を昇降装置9によって上昇させる動作を行なう。

ガス吹込み管3を昇降する際、圧力検知器13によりプラズマ発光分光分析装置10に導入する搬送管内の圧力を測定し、圧力調整器14により一定圧力に制御する。

発生した微粒子6は微粒子捕集槽5にのぞんだ微粒子排出管7端部より微粒子捕集槽内圧力により微粒子搬送管8を介して搬送され、プラズマ発光分光分析装置10に導かれ分析されるが、圧力調整器14により搬送圧力は常に一定に保たれるので

発明の問題点を解決した熔融金属の直接分析方法を提供するものである。

すなわち、微粒子の発生方法及び搬送方法は発明(1)と同じであり圧力検知方法としては次の様な内容である。

第2図に示すように、圧力調整器14の圧力検知器13はプラズマ発光分光分析装置10に導入される直前の微粒子搬送管8に接続する。圧力検知器13は機械的に圧力変化を検知する圧力センサー15(例えば半導体センサー)とセンサーの検出端を微粒子搬送管8にのぞませるための支持部15aによって構成される。圧力検知器13によって微粒子搬送管8内圧力を検知した後圧力調整器14に信号を送り圧力調整器14を構成する不活性ガス供給装置18、調圧弁17、制御装置19により微粒子搬送管8内圧力を所定の圧力に制御し、プラズマ発光分光分析装置10に導入される金属微粒子を含んだ不活性ガス流量を一定値に制御する。

微粒子搬送管8内を金属微粒子を含んだ不活性ガスが通過することにより、圧力センサー15の検

## 特開平3-81649 (4)

出端表面に金属微粒子が付着してくるが、本法では圧力変化を機械的に検出するので、微粒子付着によるセンサーの検知精度に対する影響は小さく長時間の連続使用が可能である。

なお、圧力制御装置14及び圧力検知器13をプラズマ発光分光分析装置10直前だけでなくさらに有蓋筒状容器1に連通する微粒子排出管7直後の微粒子搬送管8にも設置することは圧力制御精度、応答速度を高める意味で有効である。

## 【実施例】

以下実施例について説明する。前記発明(1)または(2)の方法を用い、溶鋼の成分濃度とICP分析値とを対応させた例を第3図に示す。第3図は連続製造設備におけるタンディッシュ中溶鋼のMnの3ヒートの分析例であるが、Mn濃度が成分濃度と対応して連続的に測定されていることがわかる。また、発明(2)の方法を用いることにより長期間圧力検知器の整備を行なうことなく、安定して1〜2分間隔にて測定可能となった。

## 【発明の効果】

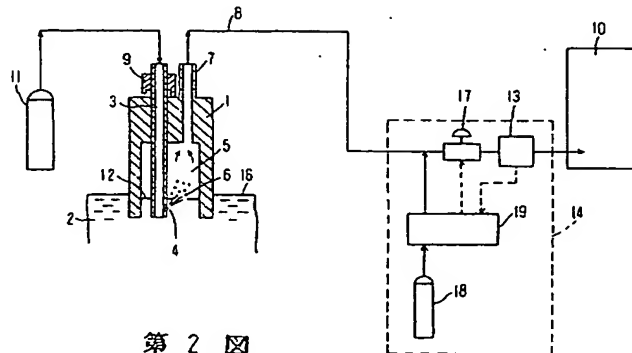
本発明方法により、鉄精錬または非鉄精錬において溶融金属成分の分析が間欠的ではあるが安定して行なうことが可能になり、現場の操業管理および品質管理の精度が向上した。

## 4. 図面の簡単な説明

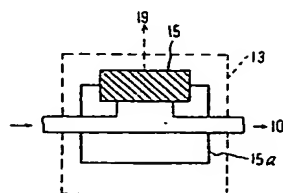
第1図、第2図は本発明の方法を実施する装置の一例を示す略側面図、第3図は溶鋼成分とICP(プラズマ発光分光)分析値(=ICP成分強度/ICP Fe強度)との対応を示した図面、第4図、第5図は、従来の装置の略側面図である。

1…有蓋筒状容器、2…溶融金属、3…ガス吹込み管、4…ガス吐出口、5…微粒子捕集槽、6…金属微粒子、7…微粒子排出管、8…微粒子搬送管、9…昇降装置、10…ICP分析装置、11…不活性ガス供給装置、12…溶融金属湯面、13…圧力検知器、14…圧力調整器、15…圧力センサー、16…湯面、17…調圧弁、18…不活性ガス供給装置、19…制御装置、20…微粒子排出管端部、21…減圧用ボックス、22…減圧用ボックス穴、23…吸引ポンプ。

第1図

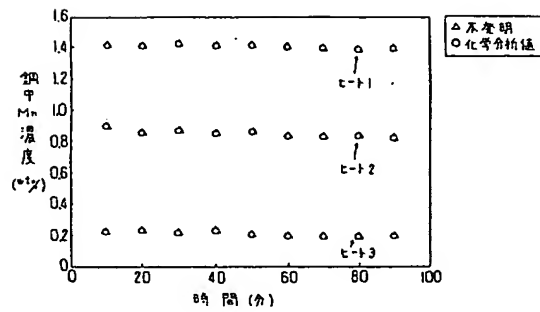


第2図

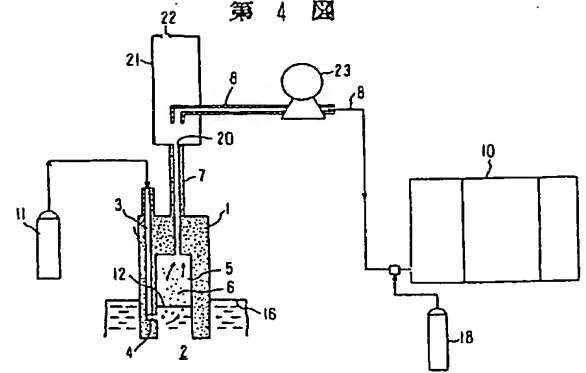


特開平 3-81649 (5)

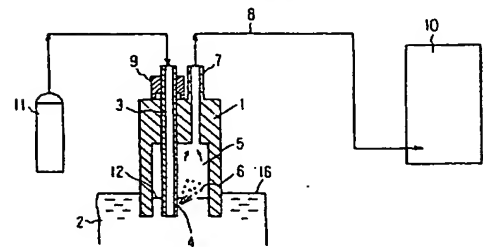
第 3 図



第 4 図



第 5 図



第 1 頁の続き

②発 明 者 早 川 泰 弘 神奈川県川崎市中原区井田1618番地 新日本製鐵株式会社  
第 1 技術研究所内